

LUBRICANT COMPOSITION**Publication number:** JP2002265968**Publication date:** 2002-09-18**Inventor:** IINO MITSUHIKO; HAMADA YOSHITAKA**Applicant:** IINO MITSUHIKO; HAMADA YOSHITAKA**Classification:**

- International: C10M169/00; C10M103/00; C10M103/02; C10M103/06;
C10M107/38; C10M125/02; C10N10/12; C10N20/06;
C10N30/02; C10N30/04; C10N30/06; C10N30/10;
C10N30/12; C10N30/18; C10N40/25; C10N50/10;
C10M169/00; C10M103/00; C10M107/00; C10M125/00;
(IPC1-7): C10M169/00; C10M103/00; C10M103/02;
C10M103/06; C10M107/38; C10M125/02; C10N10/12;
C10N20/06; C10N30/02; C10N30/04; C10N30/06;
C10N30/10; C10N30/12; C10N30/18; C10N40/25;
C10N50/10

- European:**Application number:** JP20010071329 20010314**Priority number(s):** JP20010071329 20010314**Report a data error here****Abstract of JP2002265968**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an engine oil and grease improved in performance such as a lubricating action. **SOLUTION:** Diamond particle clusters having a mean diameter of about 15 nm and comprising aggregates of diamond particles coated with an amorphous carbon, having a mean particle diameter of about 5 nm are uniformly, finely dispersed in a lubricant.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-265968

(P2002-265968A)

(43) 公開日 平成14年9月18日 (2002.9.18)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	キーワード* (参考)
C 1 0 M 169/00		C 1 0 M 169/00	4 H 1 0 4
103/00		103/00	A
103/02		103/02	Z
103/06		103/06	C
107/38		107/38	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2001-71329(P2001-71329)	(71) 出願人	501101187 飯野 光彦 東京都世田谷区代沢 1-26-4 東洋ドラ イループ株式会社内
(22) 出願日	平成13年3月14日 (2001.3.14)	(71) 出願人	501102335 濱田 義隆 東京都中央区日本橋本町 1-8-16 株式 会社 熱研内
		(72) 発明者	飯野 光彦 東京都世田谷区代沢 1-26-4 東洋ドラ イループ株式会社内
		(74) 代理人	100064447 井理士 岡部 正夫 (外10名) 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 潤滑剤組成物

(57) 【要約】

【課題】 減摩作用等の性能がより向上されたエンジン
オイルおよびグリースの提供。

【解決手段】 潤滑剤中に、無定形炭素で被覆された平
均粒径約 5 nm のダイヤモンド粒子の集合体である平均
粒径約 15 nm のダイヤモンド粒子クラスターを均質に
微細分散する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 潤滑剤中に、無定形炭素で被覆された平均粒径約5 nmのダイヤモンド粒子の集合体である平均粒径約15 nmのダイヤモンド粒子クラスターが微細分散されていることを特徴とする潤滑剤組成物。

【請求項2】 前記ダイヤモンド粒子クラスターを0.1～30体積%含有する請求項1に記載の潤滑剤組成物。

【請求項3】 二硫化モリブデン、グラファイト、ポリテトラフルオロエチレンおよび窒化硼素よりなる群から選ばれる一種または二種以上の固体潤滑剤が各々0.1～10.0体積%添加されている請求項1または2に記載の潤滑剤組成物。

【請求項4】 前記潤滑剤が潤滑油である請求項1乃至3のいずれか1項に記載の潤滑剤組成物。

【請求項5】 前記潤滑剤がグリースである請求項1乃至3のいずれか1項に記載の潤滑剤組成物。

【請求項6】 酸化防止剤、清浄分散剤、粘度指数向上剤、流動点降下剤、摩耗防止剤、さび止め剤、消泡剤および摩擦調整剤からなる群より選ばれる少なくとも1種の添加剤を含む請求項1乃至5のいずれか1項に記載の潤滑剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、輸送用機械、製鉄用機械、建設用機械等の機械の摺動部分に用いられる潤滑剤組成物、特に、特殊な固体潤滑剤を含有する潤滑油およびグリースに関する。

【0002】

【従来の技術】潤滑油およびグリース等の潤滑剤は、各種機械の摺動部分に広く使用され、それら機械の性能、耐久性等の向上に重要な役割を果たしているが、近年の機械性能のめざましい発展に伴い、潤滑剤の特性のさらなる改良が強く望まれている。従来より、潤滑剤の特性を改良するために各種添加剤が添加されており、例えば、減摩特性の向上を目的として有機モリブデン化合物が添加され、また潤滑性を高めるために固体潤滑剤が添加されている。固体潤滑剤としては、二硫化モリブデン、グラファイト、PTFE（ポリテトラフルオロエチレン）および比較的新しいものとして窒化硼素が知られている。しかし、従来の添加剤にはそれぞれ物質特有な欠点があり、潤滑剤の特性の改良も必ずしも十分なものとはいえず、したがって、なお特性の改良された潤滑剤の高い要望がある。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、高性能の各種機械に満足して適用し得る一層改良された特性を有する潤滑剤組成物を提供することである。すなわち、本願発明の目的は、物理的および化学的に極めて安定な固体潤滑剤の添加によって改良された特性を有する

潤滑剤組成物、特に、潤滑油およびグリースを提供することである。

【0004】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するための本発明は、潤滑剤中に、特殊な固体潤滑剤、すなわち、無定形炭素で被覆された平均粒径約5 nmのダイヤモンド粒子の集合体である平均粒径約15 nmのダイヤモンド粒子クラスターが微細分散されていることを特徴とする潤滑剤組成物である。

【0005】

【発明の実施の態様】本発明において固体潤滑剤として使用されるダイヤモンド粒子クラスター（以下、C-ダイヤともいう）とは、複数の単位粒子の集合体であり、平均粒径約15 nmの超微粒子である。単位粒子は、真正なダイヤモンド粒子を核として、その外殻に疑似ダイヤモンド構造の炭素質物質を有し、さらにその外殻が無定形炭素で被覆されている。疑似ダイヤモンド構造の外殻を含むダイヤモンド粒子は、平均粒径が約5 nmであり、ほぼ86% C, 0.1% H, 2.5% N, 11.4% Oの元素で構成されている。

【0006】図1に、C-ダイヤの構成の模式的概念式図を示す。このような構成のC-ダイヤは、TNT火薬を密閉容器内で爆発させて得られるが、このとき、高压高温で発生するTNTからの遊離炭素が結晶して生成したダイヤモンドを核として形成される。このC-ダイヤは商業的に入手可能である。

【0007】C-ダイヤの各種機械の摺動部における作用は次の通りであると推定される。すなわち、粒径約15 nmのC-ダイヤの超微粒子が、金属表面の凹凸に入り込みまたは付着して金属の表面硬度を上げ、また、形状が球形であるために、マイクロベアリングとなってコロとして作用する、と考えられる。したがって、C-ダイヤは、摺動部の耐摩耗性の向上および凝着摩耗の防止を実現させることができる。図2は、C-ダイヤの摺動部における上記作用を模式的に示す図である。

【0008】本発明においてC-ダイヤを添加するベースとなる潤滑剤は、特に限定的ではないが、潤滑油およびグリースである。潤滑油およびグリースの基油としては、通常の潤滑剤の基油として広く使用されている石油系潤滑油、合成油またはそれらの混合物のいずれも使用することができる。石油系潤滑油は、原油の常圧蒸留、真空蒸留および精製処理を経て得られる潤滑油である。合成油には、合成炭化水素油、エステル系合成油、フェニルエーテル系合成油、ポリグリコール系合成油、シリコン系合成油、フッ素系合成油等がある。

【0009】本発明の潤滑剤組成物は、C-ダイヤおよび上述の基油のみから構成されることができ、所望により、一般的に潤滑剤に使用されている添加剤、例えば、酸化防止剤、清浄分散剤、粘度指数向上剤、流動点降下剤、摩耗防止剤、さび止め剤、消泡剤および摩擦調整

整剤から選ばれる1以上の添加剤を含むことができる。また、C-ダイヤは、PTFE、グラファイト、二硫化モリブデン、窒化硼素等の固体潤滑剤の一種または二種以上と併用することができる。併用される各固体潤滑剤の添加量は基油に対して0.1~10.0体積%であることが好ましい。C-ダイヤは、超微粒子でありかつ物理的および化学的に極めて安定であるので、他の固体潤滑剤を含むいずれの添加剤にも悪影響を及ぼすことはない。特に、他の固体潤滑剤と併用する場合には、各潤滑剤の性能と相乗的な効果を現す。

【0010】C-ダイヤの添加量は、潤滑剤の性能を向上させる厳密な意味において、特に制限はない。添加量が微少であっても摺動面の凹凸に蓄積または付着して効果を発揮し、また、多量に添加されても特に害を及ぼすことはない。しかし、効果の速やかな発現および経済的な面を考慮すると、C-ダイヤの添加量は潤滑剤に対して0.1~30体積%であることが好ましい。

【0011】本発明の潤滑剤組成物は、潤滑剤に上記所定量のC-ダイヤを添加し、例えばホモジナイザー等のミキサーを用いて均質に分散することによって製造することができる。超微粒子であるC-ダイヤを分散媒としての基油中に均質に分散することは非常に困難である。したがって、基油の特性にもよるが、例えば、まず少量の基油中にC-ダイヤを分散させ、次第に基油の量を増やしながら繰り返し分散を行うか、あるいは逆に、次第にC-ダイヤの量を増やしながら繰り返し分散を行う等の方法を採用することが必要である。

【0012】

【実施例】以下、実施例によって本発明をより具体的に説明する。

【0013】【実施例1】基油としてチタニック10W-50S（商標；YOSHIMURA MJN製 4サイクルガソリンエンジン用）を用い、この基油に対して3体積%のC-ダイヤ添加し、ホモジナイザーを使用して均質に微細分散を行い、潤滑油（エンジンオイル）を得た。上記で得た潤滑油をスズキ製バイク「カナタGSX 1100X」4サイクルレシプロエンジン1100 cc に使用してエンジンの加速段階でのトルクおよびパワーの性能評価を行った。得られた結果は、図3のグラフにおいて実線の曲線で示されるとおりであった。

【0014】【比較例1】実施例1と同じ基油を用い、C-ダイヤを添加しない以外は実施例1と全く同様にしてエンジンの性能評価を行った。得られた結果は、図3のグラフにおいて破線の曲線で示されるとおりであった。

【0015】図3に示すグラフは明らかに、C-ダイヤを添加したエンジンオイルは、無添加のエンジンオイルよりもエンジンのパワーおよびトルクを共に向上させることを示している。特に、一般道での走行回転域2.5

00~4,000rpmでは、トルク特性の数値が著しい向上を示している。このトルク特性の向上は、一般的にはエンジンの粘り強さが増したと言われ、特に加速時や、山道の上り坂等ではこの性能向上が明確に体感できる値である。また、一般の添加剤の使用では現れない効果として、添加によりアイドリング時のエンジン回転が安定し、添加前には高回転域の加速では排気音が甲高い音であったのが緩和され、アクセルワークが軽くなったことが確認できた。これは、データに示された性能の向上以外に、運転感覚の快適性が向上したことを意味する。よって、C-ダイヤを添加することで、動力性能の向上と快適性の向上が得られることが確認できた。また、従来と同じアクセルワークを保てば（加速し過ぎなければ）、燃費の向上に大いに貢献することになる。

【0016】【実施例2】SHELL GELCO MULTIS 80W-90（主用途：自動車用ギヤ油；API：GL-5；昭和シェル石油株式会社）、SHELL HELIX SUPER 10W-30（主用途：4サイクルガソリンエンジン用ADVANCED MOTER OIL；昭和シェル石油株式会社）、およびTOYOTA CASTLE DIESEL OIL NEW SPECIAL II 10W-30（CD；トヨタ自動車株式会社）のそれぞれに対してC-ダイヤを3体積%添加し、実施例1と同様にしてエンジンオイルを得た。上記で得た各エンジンオイルについて、下記の試験機および試験条件で耐荷重性（焼付き）試験（基本的にはASTM D 323 3-93に準拠）を行って、それらの性能を評価した。得られた評価結果は表1~3に示すとおりであった。

【0017】＜試験機＞

Falex試験機（Falex Corporation Friction & Wear Test Machine；Model：Pin & Vee Block Test Machine）

＜試験条件＞

・試験片：材質 Pin：AISI/SAE 3135 STEEL

前処理 アセトン脱脂

・室温で回転速度を290rpm（一定）として荷重136.08kg（300lb）で1分間試験し、以後113.4kg（250lb）ずつ負荷して1分間試験を繰り返し、摩擦トルクが急上昇する時の荷重を焼付き荷重とする。

【0018】【比較例2-1~2-5】添加剤を添加しないかまたはC-ダイヤの代わりに添加剤として有機モリブデン系添加剤（Org.Mo）、モリブデンオキシスルフィドジオカルバメート（MoDTC）、二硫化モリブデン（MoS₂）、およびポリテトラフルオロエチレン（PTFE）をそれぞれ使用した以外は実施例2と同様にしてエンジンオイルを得、実施例2と同様にして評価を行った。得られた評価結果は表1~3に示すとおりであった。

【0019】

【表1】

表1

SHELL GELCO MULTIS 80W-90

	添加物	焼付き加重kg (括弧内は1b)
実施例2	C-ダイヤ	589.68 (1300)
比較例2-1	無添加	476.28 (1050)
比較例2-2	Org.Mo	362.88 (800)
比較例2-3	MoDTC	589.68 (1300)
比較例2-4	MoS2	589.68 (1300)
比較例2-5	PTFE	476.28 (1050)

【0020】

10【表2】

表2

SHELL HELIX SUPER 10W-30

	添加物	焼付き加重kg (括弧内は1b)
実施例2	C-ダイヤ	816.48 (1800)
比較例2-1	無添加	476.28 (1050)
比較例2-2	Org.Mo	476.28 (1050)
比較例2-3	MoDTC	476.28 (1050)
比較例2-4	MoS2	476.28 (1050)
比較例2-5	PTFE	476.28 (1050)

【0021】

※ ※【表3】

表3

TOYOTA CASTLE DIESEL OIL NEW SPECIAL II 10W-30

	添加物	焼付き加重kg (括弧内は1b)
実施例2	C-ダイヤ	816.48 (1800)
比較例2-1	無添加	589.68 (1300)
比較例2-2	Org.Mo	703.08 (1550)
比較例2-3	MoDTC	589.68 (1300)
比較例2-4	MoS2	589.68 (1300)
比較例2-5	PTFE	476.28 (1050)

【0022】【実施例3】実施例2で調整された各エンジンオイルについて摩擦性能試験を行って性能を評価した。摩擦性能試験は、実施例2と同じ試験機を使用し、下記の条件（基本的にはASTM D 2625に準拠）において行った。得られた評価結果は表4～6に示すとおりであった。

【0023】＜試験条件＞

・試験片：実施例2と同じ
 ・室温で回転速度を290rpm（一定）として、摩擦トルクが急上昇するときに試験を終了する。荷重は、80W-90のオイルに対しては453.6kg（1000lb）、10W-30のオイルに対しては544.32kg（1

200lb）、およびDIESEL OILに対しては589.68kg（1300lb）負荷する。

【0024】【比較例3-1～3-5】添加剤を添加しないかまたはC-ダイヤの代わりに添加剤として有機モリブデン系添加剤（Org.Mo）、モリブデンオキシスルフィドジチオカルバメート（MoDTC）、二硫化モリブデン（MoS2）、およびポリテトラフルオロエチレン（PTFE）をそれぞれ使用した以外は実施例3と同様にしてエンジンオイルを得、実施例3と同様にして評価を行った。得られた評価結果は表4～6に示すとおりであった。

【0025】

【表4】

表4

SHELL GELCO MULTIS 80W-90

	添加物	耐久時間 (秒)
実施例3	C-ダイヤ	17,120~20,480
比較例3-1	無添加	1,282~1,685
比較例3-2	Org.Mo	964~1,332
比較例3-3	MoDTC	1,165~1,542
比較例3-4	MoS2	2,011~2,635
比較例3-5	PTFE	1,660~3,100

【0026】

* * 【表5】

表5

SHELL HELIX SUPER 10W-30

	添加物	耐久時間 (秒)
実施例3	C-ダイヤ	3,990~14,400
比較例3-1	無添加	38~68
比較例3-2	Org.Mo	33~70
比較例3-3	MoDTC	測定不可~50
比較例3-4	MoS2	測定不可~61
比較例3-5	PTFE	17~43

【0027】

※ ※ 【表6】

表6

TOYOTA CASTLE DIESEL OIL NEW SPECIAL II 10W-30

	添加物	耐久時間 (秒)
実施例3	C-ダイヤ	3,510~10,530
比較例3-1	無添加	1,680~6,330
比較例3-2	Org.Mo	1,590~2,100
比較例3-3	MoDTC	1,320~3,540
比較例3-4	MoS2	900~1,740
比較例3-5	PTFE	16~54

【0028】【実施例4】C-ダイヤを3~5体積%の範囲において含有する本願発明のグリース（DIATEC GREASE）について実施例2と同様な耐荷重性（焼付き）試験を行って、その性能を評価した。ただし、試験条件の一部は、下記の通りに変更された。得られた評価結果は表7に示すとおりであった。

【0029】＜試験条件＞

・室温で回転速度を290rpm（一定）として荷重640
8.04kg（150lb）で1分間試験し、以後2
2.68kg（50lb）ずつ負荷して1分間試験を繰★

★り返し、摩擦トルクが急上昇する時の荷重を焼付き荷重とする。

【0030】【比較例4-1~4-3】市販のグリース、Super Lub（シリコンリチウム系グリース）、マルテンブSRL（リチウム系グリース）およびマルテンブ（ウレア系）の3種について実施例4と全く同様な試験を行い、それらの性能を評価した。得られた結果は、実施例4の結果と対照して表7に示す。

【0031】

【表7】

表7

	試料名	焼付荷重kg（括弧内はlb）
実施例4	DIATEC GREASE	340~408（750~900）
比較例4-1	Super Lub	181~204（400~450）
比較例4-2	マルテンブ SRL	227~260（500~550）
比較例4-3	マルテンブ（ウレア系）	204~250（450~500）

【0032】【実施例5および比較例5-1~5-3】

上記の実施例4および比較例4-1~4-3の試験にお

いて使用した本発明のグリースおよび3種の市販のグリースについて、曽田式四球試験を下記の試験機および試

験条件において行い、それらの性能を評価した。評価の *【0033】
結果は表8に示すとおりであった。 *

<試験機>

曾田式四球試験機：神鋼精機株式会社 四球摩擦試験機
試験球直径 1.905 cm (3/4 in)
最大荷重 1,000 kg

<試験条件>

- ・試験球：材 質 1.905 cm (3/4 in) SUJ2玉軸受用鋼球
前処理 アセトン脱脂
- ・耐荷重性（焼付）試験条件：n = 2
初期圧力：49 kPa (0.5 kgf/cm²)
昇圧ステップ：49 kPa (0.5 kgf/cm²)
縦軸回転数：200 rpm

試験方法：油圧ポンプで初期圧力を設定後、縦軸を駆動し1分間保持する。
油膜が破断しない場合は、さらに一定の負荷、圧力をかけ再度1分間保持する。
油膜が破断するまで同様の操作を繰り返す。（油膜が破断するとねじれ角が急上昇して一定値を越えると試験機は停止する。）

【0034】

※ ※【表8】

表8

試験名	合格限界加重 (kPa)	焼付限界加重 (kPa)
実施例4 DIATEC GREASE	637	686
比較例4-1 Super Lub	49以下	49
比較例4-2 マルテンツ SRL	490	539
比較例4-3 マルテンツ (ウレア系)	49以下	49

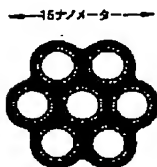
【図面の簡単な説明】

★【図2】C-ダイヤの摺動面における機能を示す図である。

【図1】C-ダイヤの構成を模式的に示す概念図である。

★ 【図3】C-ダイヤの添加の効果を示すグラフである。

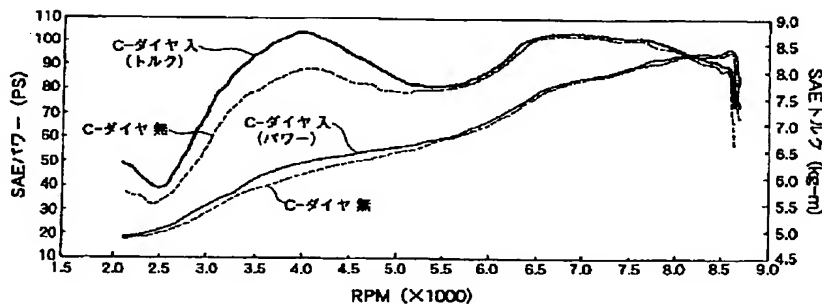
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.

識別記号

F I

ターマコード (参考)

C 1 0 M 125/02

C 1 0 M 125/02

// C 1 0 N 10:12

C 1 0 N 10:12

20:06

20:06

A

Z

30:02

30:02

30:04

30:04

30:06

30:06

30:10

30:10

30:12

30:12

30:18

30:18

40:25

40:25

50:10

50:10

(72)発明者 濱田 義隆

F ターム (参考) 4H104 AA04A AA04C AA19A AA26A

東京都中央区日本橋本町1-8-16 株式

CD02A DA02A EA08C EA09C

会社熱研内

EB02 EB05 EB06 EB07 EB08

EB09 EB10 EB13 FA06 LA01

LA02 LA03 LA05 LA06 LA09

PA41 QA18